

Kapitel 7

Experimenteller Aufbau bei Bessy I

Der detaillierte Aufbau des 3m-normal-incidence Monochromators (3m NIM2) und der dort installierten Matrixapparatur wurden bereits eingehend in verschiedenen Arbeiten [88], [27] beschrieben. 1996 wurde das aus zwei Monochromatoren bestehende Detektionssystem um ein FTIR-Spektrometer erweitert. Dieses ermöglicht erstmalig die Bestimmung IR-aktiver Spezies auf qualitativem und quantitativem Niveau. Durch eine optimierte kollineare Strahlführung des SR- und FTIR-Strahls innerhalb der Probenkammer überdecken sich die von den beiden Lichtquellen bestrahlten Probevolumina zu 95 %. Im folgenden werden die einzelnen Komponenten dieses experimentellen Aufbaus kurz beschrieben. Der Schwerpunkt liegt auf einer genaueren Beschreibung des neuen FTIR-Detektionssystems.

7.1 Strahlführung und Primärmonochromator

Die Abbildung 7.1 zeigt das Strahlführungssystem des Primärmonochromators. Der Zylinderspiegel M1 sammelt das vom Dipolmagneten des Speicherrings tangential abgelenkte weiße SR-Licht und fokussiert es horizontal unter dem Glanzwinkel von 15° auf den Eingangsspalt ES. Der planelliptische Spiegel M2 fokussiert dann das ankommende Licht ebenfalls unter dem Glanzwinkel von 15° nochmals vertikal und wirft es¹ auf den Eingangsspalt ES.

Im Primärmonochromator wird dann der aufgeweitete Strahl über ein Gitter G (1200 Linien/mm, Firma Bausch und Lomb) spektral zerlegt und durch den Planspiegel M3 auf den Austrittsspalt AS2 fokussiert (Divergenz $25 \times 50 \text{ mrad}^2$). Der rotationselliptische Spiegel M4, welcher den Austrittsspalt des Primärmonochromators im Verhältnis 3:1 mit einer Spotgröße von etwa $1.3 \times 10^{-3} \text{ cm}^2$ auf

¹Durch die Reflexion der SR-Strahlung an den beiden Spiegeln wurde der hochenergetische Teil der Strahlung abgetrennt.

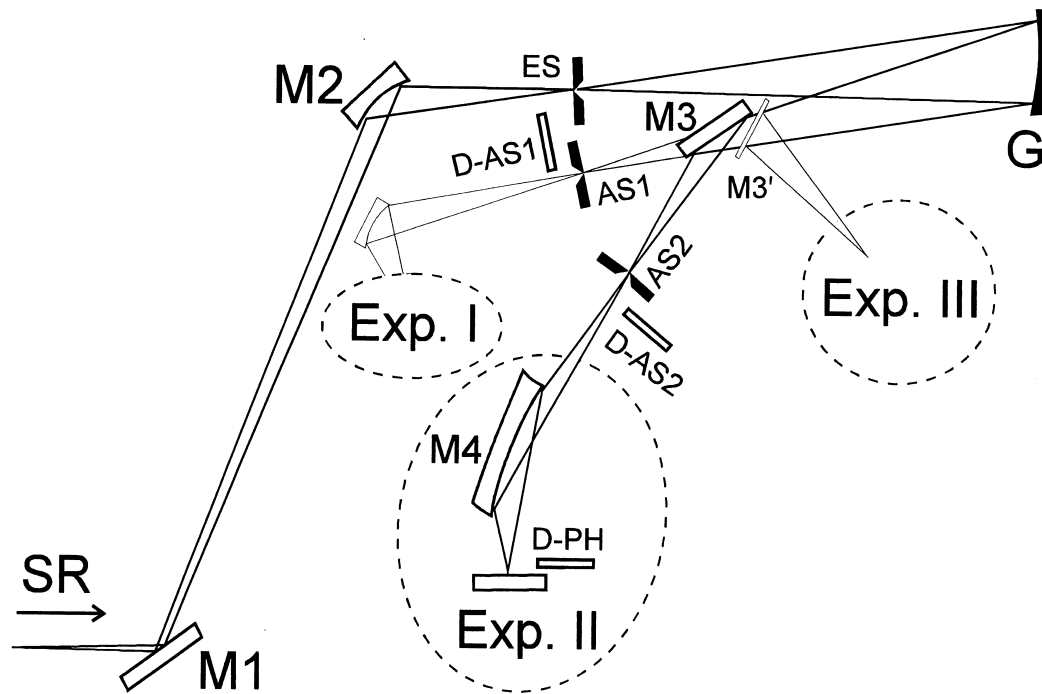


Abbildung 7.1: Die Strahlführung im 3m NIM2 Monochromator bei Bessy I nach [84].

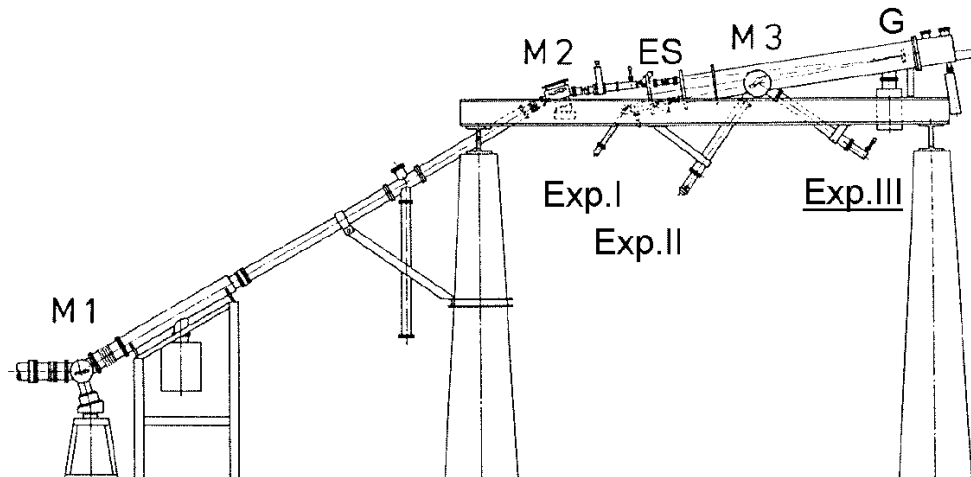


Abbildung 7.2: Aufbau des Primärmonochromators bei Bessy I. Das Experiment II trägt die Matrixapparatur.

die Probe abbildet, dient gleichzeitig als Fokussierspiegel für den FTIR-Strahl. Das verwendete Gitter mit 1200 Linien/mm ist in 4.5° Rowlandwinkel montiert und für 130 nm geblazet. Eine typische Flußkurve ($ES = AS2 = 1000 \mu\text{m}$), auf-

genommen mit einer geeichten Photodiode (ITT F 4115 2 und GaAs), ist in Abbildung 7.3 gezeigt.

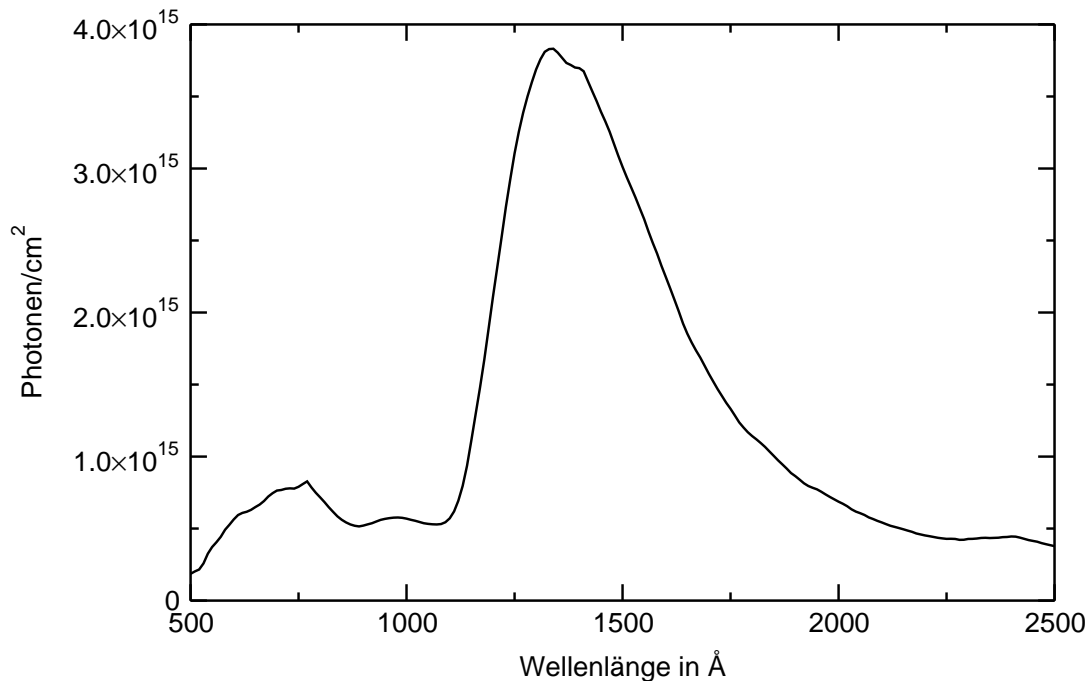


Abbildung 7.3: Typische Flußkurve am Experiment II des Primärmonochromators 3m NIM2 bei Bessy I. Die Synchrotronstrahlung wird über den Spiegel M4 auf die Probe fokussiert.

Zur Unterdrückung der zweiten Ordnung des Gitters ist vor dem Austrittsspalt AS2 ein Filtrerrad mit drei Fenstern aus Quarz (cutoff 160 nm), MgF_2 (cutoff 110 nm) und LiF (cutoff 120 nm) montiert.

7.2 Probenkammer und Sekundärmonochromatoren

In direkter Verbindung zur Probenkammer stehen die beiden zum Fluoreszenznachweis verfügbaren Sekundärmonochromatoren. Der kompakte Aufbau ermöglicht es, den von dem Spiegel M4 auf die Matrix abgebildeten Probenfleck als Eingangsspalt der beiden Czerney-Turner und Seya-Namioka-Monochromatoren zu benutzen, wodurch eine größtmögliche Akzeptanz gewährleistet wird.

Abbildung 7.4 zeigt schematisch den Strahlenverlauf bei der Detektion des Fluoreszenzlichtes. Für den VUV-Bereich, der in dieser Arbeit jedoch nicht studiert wurde, steht der Seya-Namioka Monochromator (Armlänge 0.33 m) mit einem sphärischen Gitter (1484 Linien/mm) und einem Blaze von 150 nm zur Verfügung.

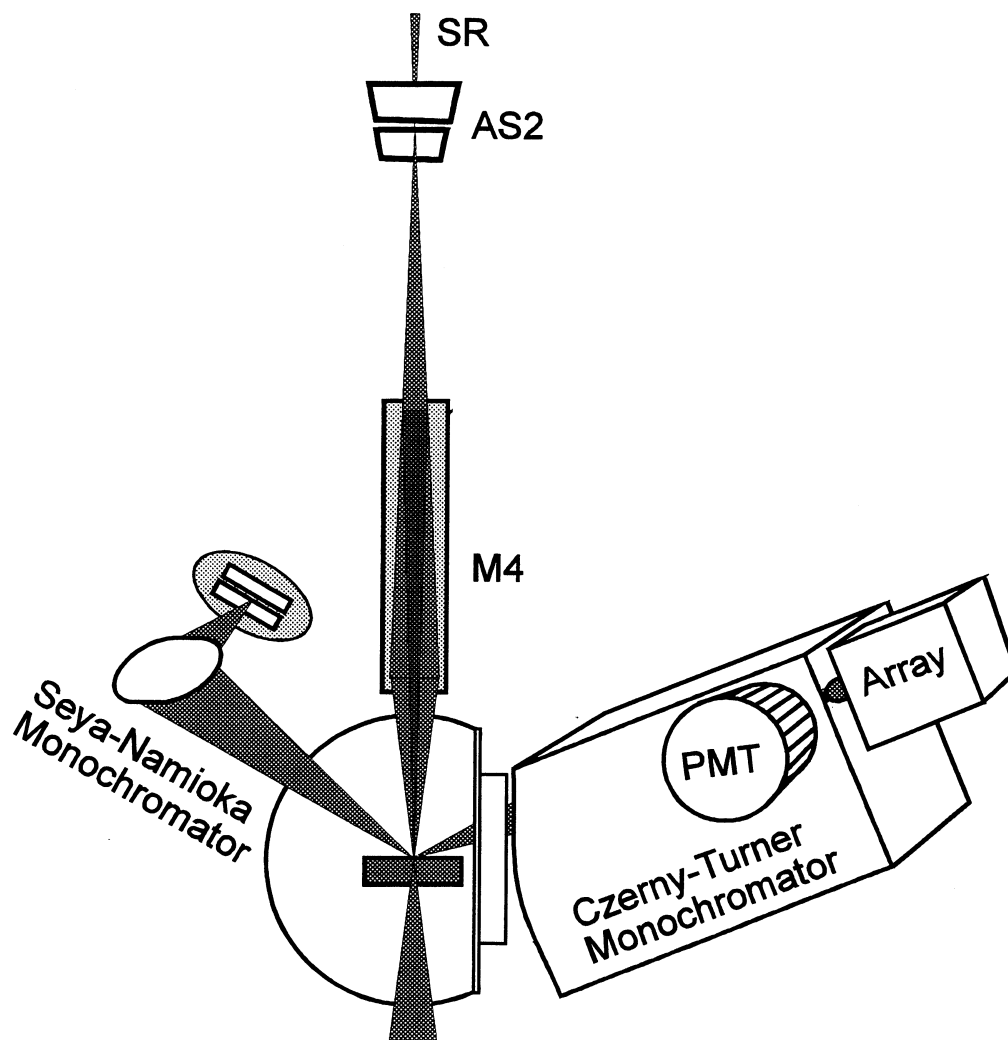


Abbildung 7.4: Die Anordnung der Sekundärmonochromatoren zum Fluoreszenznachweis nach [84].

Die Messungen, die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden, benutzen einen 0.25 m Czerny-Turner Monochromator der Firma Jobin-Yvon. Dieser ist durch ein Quarz-Fenster von der Kammer getrennt und wird an Luft betrieben. Ein Wellenlängenbereich von 200 bis 1000 nm ist damit bei einer maximalen Auflösung von 0.4 nm erfaßbar. Das verwendete Gitter mit 147 Linien/mm ist bei 130 nm geblazed. Zur Detektion am Monochromatorausgang stehen zwei peltier-gekühlte Photomultiplier zur Verfügung, mit einem Spektralbereich von 160 bis 600 nm (Bialkali XP2020Q) und 200 bis 900 nm (GaAs RCA-C31034), welche mittels der Single-Photon-Counting-Technik [89] ausgelesen und auf ei-

nem Meßplatzrechner erfaßt werden. Dieser Rechner ist auch für die Steuerung der Gitter des Primär- und der Sekundärmonochromatoren zuständig.

7.3 Matrixzucht und Probenkammer

Die zwischen den beiden Sekundärmonochromatoren liegende Probenkammer (siehe Abbildung 7.4) enthält einen mit flüssigem Helium zu betreibenden Durchflußkryostaten der Firma Leybold-Heraeus. Temperaturen zwischen 4 K und 80 K sind durch eine auf dem Kryostaten angebrachte Gegenheizung wahlweise einstellbar. Die Temperaturmessung wird mittels einer kalibrierten Si-Diode der Firma Lakeshore (DT-500KL-T05) durchgeführt. Nach dem Ausheizen herrscht in der Kammer ein Druck von 5×10^{-9} mbar, welcher sich durch die He-Kühlung noch auf 2×10^{-9} mbar verbessert.

Die Zucht der Probe erfolgt durch Kondensation auf dem temperaturstabilisierten KBr-Substrat am Kühlfinger. Das in der Mischkammer hergestellte Probegas wird über ein Röhrchen, dessen Auslaßöffnung sich über dem Substrat befindet, in die Kammer eingeleitet. Die Dosierung des Gaseinlasses wird mittels eines Feindosierventils der Firma Granville-Philips vorgenommen. Die Präparation der Matrizen wurde je nach Edelgas (45 K bei Xenon, 30 K für Kryptonmatrizen und 23 K für Argonmatrizen) bei unterschiedlichen Temperaturen durchgeführt. Eine ausführliche Diskussion des Einflusses der Proben temperatur auf die Qualität der Matrizen findet sich in [84]. Für die durchgeführten quantitativen Messungen war vor allem eine genaue Kontrolle der Schichtdicke von Bedeutung. Ein neben dem KBr-Probensubstrat auf dem Kühlfinger angebrachter Schwingquarz ermöglicht es, die Dicke der präparierten Schichten präzise zu bestimmen. Die Schwingungsfrequenz des Quarzes ist proportional zu dessen Bedeckung. Mißt man die Schwingungsfrequenz während des Aufdampfvorgangs, so kann aus der Frequenzänderung eine Zuchtrate bestimmt werden. Diese erlaubt eine Berechnung der Gesamtdicke der präparierten Matrix. Die Kalibrierung des Schwingquarzes wurde mittels der Interferenzmethode durchgeführt, welche in Abschnitt 6.3.2 etwas genauer beschrieben ist. Im Rahmen dieser Arbeit wurden Xenonmatrizen mit einer Dicke von $9 \mu\text{m}$ benutzt. Diese wurden innerhalb einer Zeit von etwa einer Stunde mit einer Rate von 8.3 Monolagen/Sekunde hergestellt.

7.4 FTIR-Spektrometer

Ein kommerzielles FTIR-Spektrometer der Firma Bruker (IFS55 Equinox), welches im Bereich von 7500 cm^{-1} bis 500 cm^{-1} arbeitet, eine Auflösung von 0.5 cm^{-1} und eine Genauigkeit von 0.01 cm^{-1} besitzt, wurde in den Aufbau von Experiment II (vgl. mit der Abbildung 7.4) am 3m NIM2-Strahlrohr integriert. Das

FTIR-Spektrometer wurde durch eine Klemmbefestigung seitlich am Monochromator gehalten. Die Abbildung 7.5 zeigt schematisch die Führung von SR- und IR-Strahl am Experiment. Der bewegliche Spiegel M5 erlaubt es, die Probe alter-

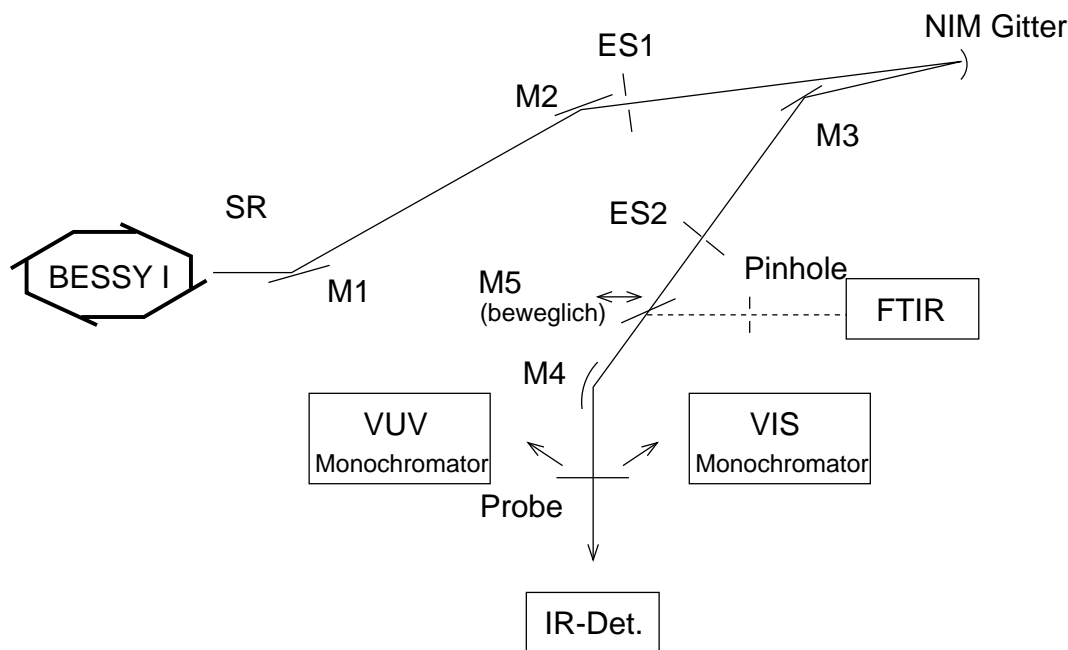


Abbildung 7.5: Kombination des FTIR mit der Stahlführung des Primärmonochromators. Das FTIR-Spektrometer erweitert das in der Abbildung 7.4 gezeigte Detektionssystem.

nativ mittels Synchrotronlicht zu bestrahlen oder Edukte- bzw. Photoprodukte über deren IR-Absorption zu spektroskopieren. Ab dem Spiegel M5 verlaufen daher beide Strahlen kollinear. Der Spiegel M4 fokussiert beide Strahlen auf die Probe.

Wünschenswert ist, daß beide Lichtquellen am Ort der Probe sowohl von der Position als auch von der Größe her identisch sind. Die unterschiedliche Brillanz (Photonenfluß/(Akzeptanzwinkel · Fläche)) der beiden Quellen, welche nicht durch eine optische Abbildung korrigierbar ist, erfordert eine besondere Strahlführung im infraroten Bereich. In der Abbildung 7.6 ist die Einkopplung des FTIR-Strahls in das Experiment etwas genauer dargestellt. Das Spektrometer, das die Infrarot-Global-Quelle S und das Fabry-Perot-Interferometer enthält, ist in Kasten 1 oben links zu sehen. Der im Interferometer befindliche KBr-Strahlteiler koppelt einen Teil des IR-Lichtes aus. Dieser konvergente Strahl wird über den Spiegel M6 aus dem Spektrometer zu dem Spiegelkasten MO1 geführt. Dort wird das Licht über mehrere optische Elemente auf ein Pinhole P (Kasten 3) fokussiert. Das Pinhole hat eine Größe von etwa 0.4 mm^2 .

Auf der Ebene des Pinholes hat der FTIR-Strahl eine der Global-Quelle entsprechende Größe von 10 mm^2 . Nur 5 % des FTIR-Lichtes gelangt deshalb durch

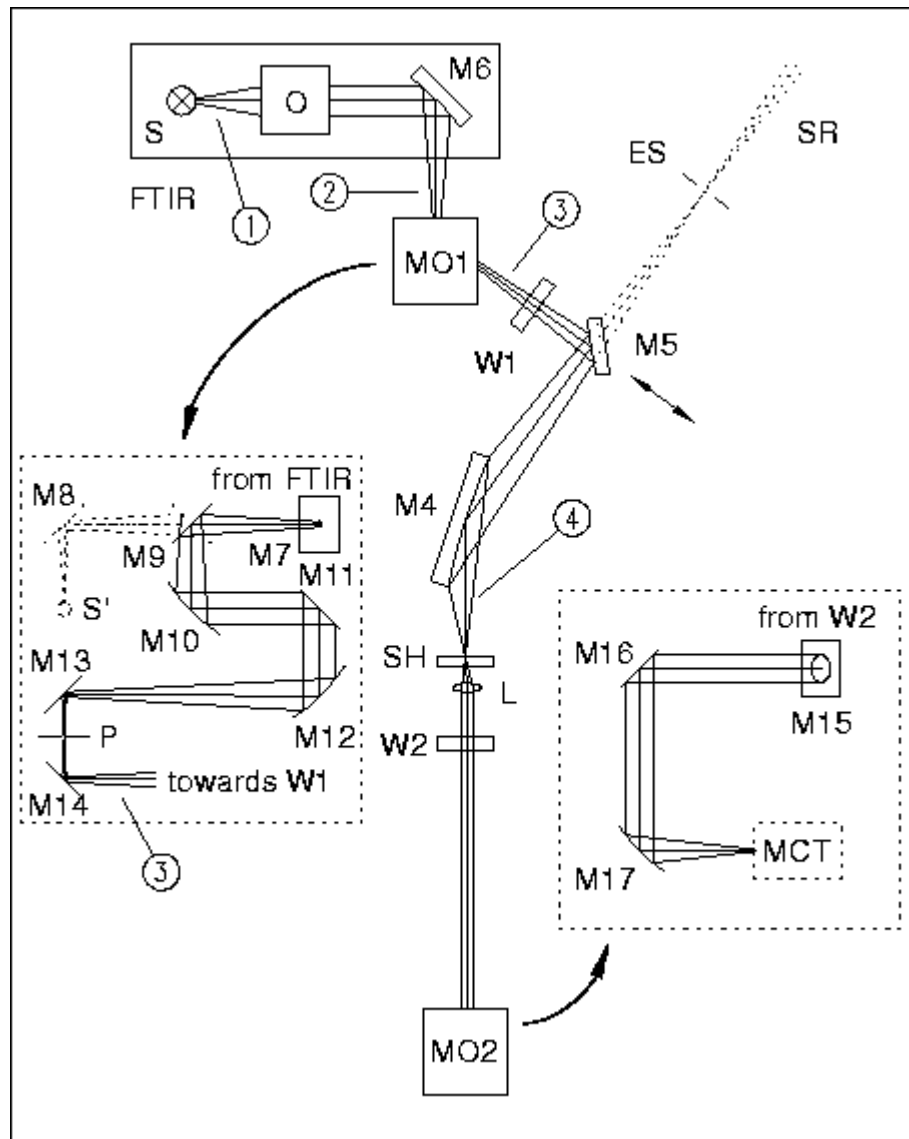


Abbildung 7.6: Der Strahlengang des Lichtes des FTIR-Spektrometers beim Experiment II am 3m NIM2 Monochromator nach [90].

die Öffnung des Pinholes über die Spiegel M5 und M4 auf die Substratoberfläche. Durch die Diskriminierung mittels des Pinholes werden FTIR-Strahl und SR-Strahl auf die gleiche Brillanz gebracht. Dadurch ist es möglich, daß der Bereich auf dem Substrat (SH), der von den beiden Lichtquellen erfaßt wird, etwa gleich groß ist. Dies ist für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten quantitativen Messungen notwendig. In einem Experiment konnte gezeigt werden, daß es möglich ist, die beiden Strahlen auf eine 95%ige Übereinstimmung zu bringen. Trotz des starken Intensitätsverlustes durch den geringen Pinhole-Durchmesser

von etwa einem Faktor 90 ist bei einem typischen Spektrum, bestehend aus einer Mittelung von 100 Einzelspektren, ein Signal-zu-Rausch-Verhältnis von 500 erreichbar.

Nachdem der IR-Strahl die Matrix durchdrungen hat, wird er von einer KBr-Linse L ($f = 30$ mm), die sich unterhalb des Probensubstrates befindet, gesammelt und parallelisiert. Die Auskopplung findet wieder durch ein KBr-Fenster statt. Der sich an das Auskoppelfenster anschließende optische Aufbau MO2 bildet dann das Licht auf einen mit flüssigem Stickstoff gekühlten MCT-Detektor (Spektrale Empfindlichkeit von 12000 bis 600 cm^{-1}) ab. Dieser ist mit dem Spektrometer verbunden.